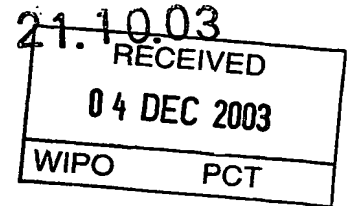


10/532108 #2
Rec'd PCT/PTO 21 APR 2005
PCT/JP03/13427

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2002年10月22日

出 願 番 号
Application Number: 特願2002-306780
[ST. 10/C]: [JP2002-306780]

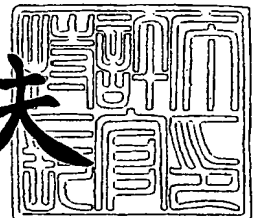
出 願 人
Applicant(s): クミアイ化学工業株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年11月20日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 14089

【提出日】 平成14年10月22日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 A01N 25/14

【発明者】

 【住所又は居所】 静岡県清水市北脇 88-34

 【氏名】 栗田 和典

【発明者】

 【住所又は居所】 静岡県小笠郡菊川町加茂 1809

 【氏名】 三角 裕治

【発明者】

 【住所又は居所】 静岡県清水市北脇 88-34

 【氏名】 尾崎 英介

【発明者】

 【住所又は居所】 静岡県清水市八千代町 3-4

 【氏名】 池内 利祐

【特許出願人】

 【識別番号】 000000169

 【氏名又は名称】 クミアイ化学工業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100066452

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 八木田 茂

【選任した代理人】

 【識別番号】 100064388

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 浜野 孝雄

【選任した代理人】

【識別番号】 100067965

【弁理士】

【氏名又は名称】 森田 哲二

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008796

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 農園芸用の水和性顆粒剤組成物

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) 少なくとも1種の固体または液状の農薬活性成分を有効成分として含有し、(b) スルホン酸塩型の界面活性剤、硫酸エステル塩型の界面活性剤およびリン酸エステル塩型の界面活性剤から選ばれる少なくとも1種の界面活性剤と、(c) 消泡剤として炭素数が6から28の脂肪酸の少なくとも1種の金属塩とを配合してなることを特徴とする、低起泡性である農園芸用の水和性顆粒剤組成物。

【請求項2】 消泡剤としての炭素数が6から28の脂肪酸の金属塩は、水に可溶である脂肪酸アルカリ金属塩の1種、またはその少なくとも2種の混合物であるか、あるいは20℃における水に対する溶解度が100ppmまたはそれ以下である脂肪酸金属塩（アルカリ金属塩以外の）の1種、またはその少なくとも2種の混合物である、請求項1に記載の組成物。

【請求項3】 水に可溶の脂肪酸アルカリ金属塩は、炭素数6～28の脂肪酸のナトリウム塩またはカリウム塩の1種またはその少なくとも2種の混合物である、請求項2に記載の組成物。

【請求項4】 消泡剤としての炭素数が6～28の脂肪酸の金属塩は、炭素数6～炭素数28の各々の脂肪酸からなる混合した脂肪酸のナトリウム塩、すなわち石けんである、請求項1または2に記載の組成物。

【請求項5】 20℃における水に対する溶解度が100ppmまたはそれ以下である脂肪酸金属塩は、脂肪酸リチウム塩、バリウム塩、マグネシウム塩、カルシウム塩、亜鉛塩またはアルミニウム塩から選ばれる少なくとも1種またはその少なくとも2種の混合物である、請求項2に記載の組成物。

【請求項6】 界面活性剤の少なくとも1種またはその少なくとも2種の混合物がスルホン酸塩型の界面活性剤である、請求項1～5のいずれか1項に記載の組成物。

【請求項7】 任意の成分として固体状担体を追加して配合してなる、請求項1～6のいずれか1項に記載の組成物。

【請求項 8】 農薬活性成分は、組成物の重量に基づいて0.1～85%の割合で含有される、請求項1～7に記載の組成物。

【請求項 9】 界面活性剤は、組成物の重量に基づいて合計、0.5～30%の割合で含有される、請求項1～8に記載の組成物。

【請求項 10】 消泡剤としての脂肪酸の金属塩は、組成物の重量に基づいて合計、0.05～10%の割合で含有される、請求項1～9に記載の組成物。

【請求項 11】 固体状担体が組成物の重量に基づいて5～95%の割合で配合される、請求項1～10に記載の組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、水中崩壊性と水中分散性と水中懸垂性とに優れるが低起泡性である農園芸用の新規な水和性顆粒剤組成物に関するものである。水和性顆粒剤(water-dispersible granules ; WDGと略記される)は、顆粒状水和剤(granular wettable powder)とも言われる。

【0002】

【従来の技術】

農薬化合物は、多くの場合、粉剤、粒剤、水和剤(wattable powder)、乳剤(emulsifiable concentrate)、SC剤(suspension concentrate)、EW剤(emulsion, oil in water)などの剤型に製剤されて施用されている。これらのうち、粉剤と粒剤はその製剤をそのままに施用するか、あるいは散布機械を用いて施用する。乳剤、水和剤、SC剤、EW剤は、水などにより所定濃度の有効成分を含む液剤に希釈して、その液剤を散布することにより主に施用される。

【0003】

乳剤は、そのほとんどが農薬活性成分を有機溶剤に溶解し、得られた溶液に乳化剤などを加えて製剤される。したがって、農薬活性成分が有機溶剤に可溶である場合に限り、乳剤の製剤化が可能である。乳剤は、使用される有機溶剤は可燃性であることが多く、火災等の危険性を伴い、取扱い、輸送、貯蔵にも十分な配慮が必要とされている。また、乳剤は、有機溶剤の使用に伴う毒性や薬害の問題

も有している。

【0004】

一方、水和剤は、固体状の農薬活性成分を微粒子に粉碎し、あるいは液体状の農薬活性成分を高吸油性の微粉末に吸着せしめてから微粉末状に粉碎し、それら微粉末に対して分散性、湿展性を有する界面活性剤を配合することにより製剤されるものである。したがって、水和剤は、有機溶剤に可溶性でない農薬活性成分を用いても製剤が可能であるばかりでなく、有機溶剤を必要としないために、水和剤は取扱い、輸送、貯蔵においても火災等の危険性がない。また、水和剤は有機溶剤の使用に起因する毒性や薬害の問題も無い。

【0005】

しかし、従来の一般的な水和剤には、次のような欠点があることが良く知られる。すなわち、水和剤は農薬活性成分をはじめとして、微粒子からなっているため、見掛け比重が小さくて、かさばること、また水和剤を水で希釈して散布液を作る際に微粉が舞い上がる粉立ち（dusting）を起す欠点があるため、作業者の健康上好ましくないこと、さらに水和剤の分割とその容量計量の作業に困難が伴うことなどの問題点がある。

【0006】

SC剤、EW剤などのフロアブル剤（FL）は、懸濁液または乳濁液状の液剤として製剤されてあることにより、水和剤の難しい計量性と粉立ちの欠点を解消した製剤である。しかし、これらフロアブル剤は、比較的高粘度の液状製剤であるため、フロアブル剤を、容器からの排出するのが難しく、また容器への製剤の付着を避けられないことから、使用済み容器を廃棄するのに問題点を有している。

【0007】

そこで、近年、水和剤を粒状化することにより、水和性顆粒剤を製剤する試みがなされている。

【0008】

水和性顆粒剤、すなわち顆粒状水和剤は、農薬活性成分、界面活性剤、及び結合剤、さらに必要に応じてその他の補助剤を微粉末として混合し、その微粉状混合物を顆粒状に造粒したものである。造粒法としては、押出造粒法、噴霧乾燥造

粒法、流動層造粒法、転動造粒法、圧縮造粒法などが挙げられる。水和性顆粒剤では、粒状化されてあることにより、従来の水和剤の嵩高さ、粉立ち、容量の計量性の難しい欠点がない上に、フロアブル剤の粘度に起因する問題点を解消されている。

【0009】

水和性顆粒剤は、通常、数10倍～数1000倍の水で希釈して、微粒子の水性分散液を作り、この水性分散液を圃場に散布して施用する。前記の水性分散液を作るに当って、水和性顆粒剤を水中に投入した後は、各々の顆粒が速やかに水中で崩壊し、水中で農薬活性成分及び補助成分が均一に分散して安定した懸濁状態を維持することが必要である。しかし、例えば従来の通常の水和剤組成物を単に顆粒状化した場合には、水中での各々顆粒の崩壊性と水中分散性が悪いので、均一で安定な水性分散液が得られないのが普通である。また、得られた水性分散液中で安定な懸濁状態を長時間維持できないなどの問題点があった。

【0010】

これらの問題点を解決する手段として、水和性顆粒剤の製造に当って、特定の界面活性剤あるいは複数の界面活性剤群を組合せて配合すること（特許文献1、特許文献2、特許文献3、特許文献4、特許文献5参照）、でん粉と水溶性無機塩を配合すること（特許文献6参照）、糖類、ナフタレンスルホン酸系界面活性剤、リン酸アルカリ金属塩を配合すること（特許文献7参照）、不飽和カルボン酸の重合体、スチレンスルホン酸塩のホルマリン縮合物塩及びリン酸アルカリ金属塩の1種又は2種以上を配合すること（特許文献8参照）、アニオン型界面活性剤及びベントナイトを配合すること（特許文献9参照）、界面活性剤と2～10 μ mのカオリン系クレーを配合すること（特許文献10参照または特許文献11参照）などが提案されている。しかし、このような従来の水和性顆粒剤または顆粒状水和剤は、その水中崩壊性と分散性が、特に農薬活性成分の種類、性状に大きな影響を受けて変動するので、必ずしも十分な水中崩壊性と水中分散性を示さないものであった。

【0011】

【特許文献1】

特開昭59-193803号公報

【 0 0 1 2 】

【特許文献 2】

特開昭62-36302号公報

【 0 0 1 3 】

【特許文献 3】

特開平5-43402号公報

【 0 0 1 4 】

【特許文献 4】

特開平7-126106号公報

【 0 0 1 5 】

【特許文献 5】

特開平8-34702号公報

【 0 0 1 6 】

【特許文献 6】

特開昭51-1649号公報

【 0 0 1 7 】

【特許文献 7】

特開昭57-163303号公報

【 0 0 1 8 】

【特許文献 8】

特開昭61-236701号公報

【 0 0 1 9 】

【特許文献 9】

特開昭62-263101号公報

【 0 0 2 0 】

【特許文献 1 0】

特開平3-264502号公報

【 0 0 2 1 】

【特許文献 11】

米国特許5,180,240号明細書

【0022】

水和性顆粒剤に配合される農薬活性成分の種類によっては、特に水中崩壊性や水中分散性を改善するために、湿展効果の強い界面活性剤を配合することがあるが、この場合、水和性顆粒剤を水と混合して水性の希釈された分散液を調製する際や、散布する際の水性希釈分散液を攪拌するときに、泡立ち（起泡性foamability）が大きく、その水性分散液の取扱が難しい問題を有していた。

【0023】

また、水和剤から水性希釈分散液の調製時の泡立ちを軽減するために、一般にシリコンオイルやシリコンエマルションなどのシリコン系消泡剤を配合する場合があった。しかし、水和性顆粒剤の場合には、シリコン系消泡剤を加えると水中崩壊性や水中分散性が悪くなるので、シリコン系消泡剤の配合は実用されていない。従って、水和性顆粒剤では、従来、低起泡性と十分な水中崩壊性と十分な水中分散性とを兼備させることが望まれていた。

【0024】

【発明が解決しようとする課題】

本発明が解決しようとする課題と目的は、農薬活性成分の種類、性状に影響を受けることなく、水和性顆粒剤の水中崩壊性、水中分散性、水中懸垂性（懸濁安定性）を向上させ且つ該顆粒剤を水に混合して得られる水性分散液の起泡性を低く抑えることのできる水和性顆粒剤を提供することにある。

【0025】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上述したような目的で、従来の水和性顆粒剤の欠点を解消するために種々検討を行った。その結果、（a）1種またはそれ以上の農薬活性成分と共に、（b）スルホン酸塩型の界面活性剤、硫酸エステル塩型の界面活性剤およびリン酸エステル塩型の界面活性剤から選ばれる1種またはそれ以上の界面活性剤を配合し且つ（c）消泡剤として炭素数が6から28である脂肪酸の金属塩の少くとも1種を必須の補助成分として配合し且つ造粒すると、得られた水和性顆粒剤

は、配合された脂肪酸金属塩の作用に由り、農薬活性成分の種類、性状に影響を受けることなく、水で希釈する際に得られた水性分散液が低起泡性であり、かつ本顆粒剤の水中崩壊性と水中分散性が良好であること、またそのような水和性顆粒剤の水性分散液を強く攪拌しても低起泡性であることを見出し、本発明を完成した。

【0026】

従って、本発明においては、(a) 少なくとも1種の固体または液状の農薬活性成分を有効成分として含有し、(b) スルホン酸塩型の界面活性剤、硫酸エステル塩型の界面活性剤およびリン酸エステル塩型の界面活性剤から選ばれる少なくとも1種の界面活性剤と、(c) 消泡剤として炭素数が6から28の脂肪酸の少なくとも1種の金属塩とを配合してなることを特徴とする、低起泡性である農園芸用の水和性顆粒剤組成物が提供される。

【0027】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を具体的に説明する。

本発明の顆粒剤組成物に用いられる農薬活性成分(pesticidally active ingredient)は、殺虫剤、殺菌剤、除草剤又は植物成長調整剤を含めて、一般に農薬として有用な化合物、すなわち農薬化合物のいずれのものも包含する。しかし、特に固体の農薬活性成分が好適である。液体状の農薬活性成分は、吸油性を有する固体担体、例えば多孔質のケイソウ土または非多孔質の非晶シリカに含浸された形で使用できる。

【0028】

農薬活性成分として使用できる化合物は、単独でまたは2種以上を混合して配合することができる。具体的に例示するならば、次の農薬化合物を挙げることができるが、これらに限定されるものではない。また、それらの農薬化合物の幾何異性体、光学異性体も含まれるものである。農薬活性成分すなわち農薬化合物の名は、農薬要覧2001年版 社団法人日本植物防疫協会編集発行に記載された種類名、あるいはISO (国際標準化機構 International Standard Organization の略号) で承認されたISO名を一般名として用いた。種類名、ISO名のないものは、化

学名を用いた。

【0029】

(A) 殺菌剤としては、EDDP、IBP、TPN、アシベンゾラルSメチル、アゾキシストロビン、イソプロチオラン、イプコナゾール、イプロジオン、イミノクタジンアルベシル酸塩、イミノクタジン酢酸塩、イミベンコナゾール、オキサザキシル、オキシテトラサイクリン、オキシリニック酸、カスガマイシン、カルプロパミド、カルベンダゾール、キノメチオナート、キャプタン、クレソキシムメチル、クロロネブ、シアゾファミド、ジエトフェンカルブ、ジクロメジン、ジチアノン、ジネブ、ジフェノコナゾール、ジフルメトリム、ジプロコナゾール、シプロジニル、シメコナゾール、ジメチリモール、ジメトモルフ、ジラム、ストレプトマイシン硫酸塩、ジクロフルアニド、ダゾメット、チアジアジン、チアベンダゾール、チウラム、チオファネートメチル、チフルザミド、テクロフタラム、テトラコナゾール、テブコナゾール、テレフタル酸銅、トリアジメホン、トリアジン、トリシクラゾール、トリフルミゾール、トリホリン、トルクロホスメチル、トリフロキシストロビン、ノニルフェノールスルホン酸銅、バリダマイシンA、ビテルタノール、ヒドロキシイソキサゾール、ピラゾホス、ピリフェノックス、ピロキロン、ピラクロストロビン、ピンクロゾリン、フェナミドン、フェナリモル、フェンヘキサミド、フォルペット、フサライド、ブラストサイジンS、フラメトピル、フルアジナム、フルオルイミド、フルジオキシニル、フルスルファミド、フルトラニル、プロクロラズ、プロシミドン、プロパモカルブ塩酸塩、プロピコナゾール、プロピネブ、プロベナゾール、ヘキサコナゾール、ベノミル、ペフラゾエート、ペンシクロン、ベンチアゾール、ベンチアバリカルブイソプロピル、ホセチル、ポリオキシシン複合体、ポリカーバメート、ホルムアルデヒド、マンゼブ、マンネブ、ミクロブタニル、メタスルホカルブ、メタラキシル、メタンアルソン酸鉄、メタンアルソン酸鉄アンモニウム、メトミノストロビン、メパニピリム、メプロニル、トリコデルマ菌の生孢子、銅（塩基性塩化銅、塩基性硫酸銅、水酸化第二銅、無水硫酸銅）、8-ヒドロキシキノリン銅剤、硫黄、硫酸亜鉛などがあげられる。

【0030】

(B) 殺虫剤としては、BPMC、BPPS、BRP、細菌バチルス・リューリングエンシス (*Bacillus thuringiensis*) 産出の結晶毒素、バチルス・リューリングエンシス (*Bacillus thuringiensis*) 生芽胞の産出結晶毒素、CVMP、CVP、CYAP、DDVP、DEP、DMTP、ECP、EPN、ESP、MEP、MIPC、MPP、MTMC、NAC、PAP、PHC、PMP、XMC、アクリナトリン、アセキノシル、アセタミプリド、アセフェート、アミトラズ、アラニカルブ、アレスリン、イソキサチオン、イミダクロプリド、インドキサカルブ、エチオフェンカルブ、エチオン、エチルチオメトン、エトキサゾール、エトフェンプロックス、エトプロホス、エマメクチン安息香酸塩、オキサミル、オキメラノルア、カーバム、カルタップ塩酸塩、カルボスルファン、キノメチオナート、クロチアニジン、クロフェンテジン、クロルピクリン、クロルピリホス、クロルピリホスメチル、クロルフェナピル、クロルフルアズロン、ケルセン、シクロプロトリン、ジノテフラン、シハロトリン、シフルトリン、シペルメトリン、ジメチルビンホス、ジメトエート、ジアフェンチウロン、シラフルオフエン、スピノサド、スピロディクロフェン、スルプロホス、ダイアジノン、チアクロプリド、チアメトキサム、チオジカルブ、チオシクラム、チオメトン、テトラジホン、テブフェノジド、テブフェンピラド、テフルトリン、テフルベンズロン、デリス、トラロメトリン、ニテンピラム、バミドチオン、ハルフェンプロックス、ビフェントリン、ピメトロジン、ピラクロホス、ピリダフェンチオン、ピリダベン、ピリダリル、ピリミカーブ、ピリミジフェン、ピリミホスメチル、フィプロニル、フェニソプロモレート、フェノキシカルブ、フェノチオカルブ、フェンバレレート、フェンピロキシメート、ピレトリン、フェンプロパトリン、ブプロフェジン、フラチオカルブ、フルシトリネート、フルバリネート、フルフェノクスロン、フルリムフェン、プロクロラズ、プロチオホス、プロパホス、プロフェノホス、ヘキシチアゾクス、ペルメトリン、ベンスルタップ、ベンゾエピン、ベンゾメート、ベンフラカルブ、ホサロン、ホスチアゼート、ポリナクチン複合体、マラソン、ミルベメクチン、メソミル、メトキシフェノジド、モノクロトホス、ルフェヌロン、レスメトリン、塩酸レバミゾール、酸化フェンブタスズ、酒石酸モランテル、臭化メチル、硫酸ニコチンなどがあげられる。

【0031】

(C) 除草剤としては、2,4-PA、ACN、CAT、CNP、DCNU、DCPA、DPA、MBPMC、MCC、MCP、MCPB、MCPB、MCPB、MDBA、PAC、SAP、TCTP、アイオキシニル、アシュラム、アトラジン、アミプロホスメチル、アメトリン、アラクロール、アロキシジム、イソウロン、イソキサベン、イマザキンアンモニウム塩、イマザピル、イマゾスルフロン、イマゾモックスアンモニウム塩、インダノファン、エスプロカルブ、エチジムロン、エトキシスルフロン、エトベンザニド、エンドタール二ナトリウム塩、オキサジアゾン、オルソベンカルブ、カルブチレート、キザロホップエチル、キンクロラック、グリホサートアンモニウム塩、グリホサートイソプロピルアミン塩、グリホサートトリメシウム塩、クレトジム、グルホシネート、クロメトキシニル、クロルフタリム、シアナジン、ジクワット、ジチオピル、シデュロン、シノスルフロン、シハロホップブチル、ジフェナミド、ジメタメトリン、シメトリン、ジメピペレート、シンメチリン、セトキシジム、ターバシル、ダイムロン、ダゾメット、チアザフルロン、デスメディファム、テトラピオン、テニルクロール、テブチウロン、トリクロピル、トリフルラリン、ナプロアニリド、ナプロパミド、ニコスルフロン、パラコート、ハロスルフロンメチル、ビアラホス、ピクロラム、ビフェノックス、ピペロホス、ピラゾキシフェン、ピラゾスルフロンエチル、ピラゾレート、ピリデート、ピリブチカルブ、フェノキサプロップエチル、フェノチオール、フェンメディファム、ピラフルフェンエチル、ブタクロール、ブタミホス、フラザスルフロン、フルアジホップ、プレチラクロール、プロジアミン、プロピザミド、プロマシル、プロメトリン、プロモブチド、ヘキサジノン、ベスロジン、ベンスルフロンメチル、ベンゾフェナップ、ベントゾン、ベンダゾンナトリウム塩、ベンチオカーブ、ペンディメタリン、ペンフレセート、メチルダイムロン、メトスルフロンメチル、メトラクロール、メトリブジン、メアセテット、モリネート、リニュロン、リニュロン、レナシル、塩素酸ナトリウム、カフェンストロール、ピリミノバックメチル、アジムスルフロン、ジフルフェニカン、ビスピリバックナトリウム塩、シクロスルファムロン、トリアジフラム、ペントキサゾンなどがあげられる。

【0032】

(D) 植物成長調整剤としては、1-ナフチルアセトアミド、4-CPA、MCPB、アン

シミドール、イナベンフィド、インドール酪酸、ウニコナゾールP、エチクロゼート、エテホン、オキシエチレンドコサノール、オキシシリン硫酸塩、クロキシホナック、クロルメコート、クロレラ抽出物、塩化コリン、ジクロルプロップ、ジケグラック、ジベレリン、デシルアルコール、パクロブトラゾール、ピペロニルブトキシド、フルルプリミドール、プロヘキサジオンカルシウム塩、ベンジルアミノプリン、ペンディメタリン、ホルクロルフェニユロン、マレイン酸ヒドラジコリン、マレイン酸ヒドラジド、メピコートクロリド、メフルイジド、過酸化カルシウムがあげられる。

【0033】

本発明の顆粒剤組成物中の農薬活性成分の割合または含量は、特に限定されるものではないが、造粒性や生物活性の点から、通常は組成物の重量基準で0.1～85%、特に0.1～75%、更には1～50%の範囲であるのが好ましい。

【0034】

本発明の組成物において用いられる界面活性剤としては、スルホン酸塩型界面活性剤、硫酸エステル塩型界面活性剤およびリン酸エステル塩型界面活性剤から選ばれる1種またはそれ以上の界面活性剤が使用される。特にスルホン酸塩型界面活性剤が好ましい。これらの界面活性剤は一種のみの単独で、または二種またはそれ以上の混合物として用いることができ、本発明の組成物中に通常は0.5～30質量%、好ましくは1～20%の範囲の割合で含有される。

【0035】

(i) 本発明組成物において用いられるスルホン酸塩型界面活性剤としては、アルキルスルホン酸塩（例えばパラフィンスルホン酸のアルカリ金属塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩）、ジアルキルスルホコハク酸塩（例えばジアルキルスルホコハク酸のアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩）、アルキルベンゼンスルホン酸塩（例えばドデシルベンゼンスルホン酸のアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩、アルキルアミン塩、アルカノールアミン塩、シクロヘキシルアミン塩）、アルキルナフタレンスルホン酸塩（例えばナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物、そのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩、メチルナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物、そのアルカリ金属

塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩、ブチルナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物、そのアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩)、リグニンスルホン酸塩(例えばリグニンスルホン酸のアルカリ金属塩、アンモニウム塩、高純度部分脱スルホンリグニン酸のアルカリ金属塩、アンモニウム塩)、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテルスルホン酸塩(例えばポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルスルホン酸、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテルスルホン酸のアルカリ金属塩)などがあげられる。

【0036】

(ii) 本発明組成物において用いられる硫酸エステル塩型界面活性剤としては、アルキル硫酸エステル塩(例えばラウリル硫酸エステルのナトリウム塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩、オレイル硫酸エステルのナトリウム塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩)、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩(例えばポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸エステルのナトリウム塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩)、ポリオキシエチレンアリールエーテル硫酸エステル塩(例えばポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル硫酸エステルのナトリウム塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩、ポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテル硫酸エステルのナトリウム塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩)などがあげられる。

【0037】

(iii) 本発明組成物において用いられるリン酸エステル塩型界面活性剤としては、アルキルリン酸エステル塩(例えばラウリルリン酸エステルのナトリウム塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩)、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸エステル塩(例えばポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸エステルのナトリウム塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩)、ポリオキシエチレンアリールエーテルリン酸エステル塩(例えばポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸エステルのナトリウム塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩、ポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテルリン酸エステルのナトリウム塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩)などがあげられる。

【0038】

(iv) なお、本発明組成物中には、さらに上述した以外のその他の界面活性剤、例えばポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテル、ポリオキシアルキレンスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエステル、ポリオキシエチレンソルビタンアルキルエステル、ソルビタンアルキルエステル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー、ポリオキシエチレンひまし油、アセチレングリコール等の非イオン界面活性剤、ポリカルボン酸塩、樹脂酸塩等の陰イオン界面活性剤などを追加的に配合することもできる。

【0039】

本発明の組成物において消泡剤として用いられる炭素数が6から28の脂肪酸の金属塩は、水に可溶の混合した ($C_6 \sim C_{28}$) 脂肪酸のアルカリ金属塩、いわゆる石けんであることができ、あるいは、20℃における水に対する溶解度が100ppmまたはそれ以下である混合した ($C_6 \sim C_{28}$) 脂肪酸の金属塩、いわゆる金属石けんであることができる。

【0040】

詳しくは、炭素数が6から28である水に可溶の脂肪酸アルカリ金属塩としては、混合された ($C_6 \sim C_{28}$) 脂肪酸のナトリウム塩、または混合された ($C_6 \sim C_{28}$) 脂肪酸のカリウム塩、あるいはラウリン酸ナトリウム、ミリスチン酸ナトリウム、パルミチン酸ナトリウム、ステアリン酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、エライジン酸ナトリウム、ブラシン酸ナトリウム、カプリル酸カリウム、ラウリン酸カリウム、ミリスチン酸カリウム、パルミチン酸カリウム、ステアリン酸カリウムまたはオレイン酸カリウムがあげられる。

【0041】

詳しくは、炭素数6から28を有して且つ水に対する溶解度が100ppm以下の脂肪酸金属塩としては、混合された ($C_6 \sim C_{28}$) の脂肪酸のカルシウム塩またはマグネシウム塩、あるいはミリスチン酸リチウム、ミリスチン酸マグネシウム、パルミチン酸リチウム、パルミチン酸カルシウム、パルミチン酸マグネシウム、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ステ

アリン酸バリウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、オレイン酸バリウム、オレイン酸カルシウム、オレイン酸亜鉛、ヒドロキシステアリン酸亜鉛、ラウリン酸亜鉛、ベヘン酸亜鉛、モンタン酸亜鉛、リシノール酸亜鉛、ベヘン酸マグネシウム、モンタン酸マグネシウム、ヒドロキシステアリン酸マグネシウム、セバシン酸マグネシウム、ラウリン酸カルシウム、リシノール酸カルシウム、ベヘン酸カルシウム、セバシン酸カルシウムなどがあげられる。

【0042】

これらの炭素数が6から28である脂肪酸の金属塩（消泡剤）は、本発明組成物中に通常は重量基準で0.05～10%、好ましくは0.2～5%の範囲の割合で含有される。

【0043】

本発明の組成物には、顆粒形成のために必要である場合に、固体状担体、特にケイソウ土または非晶シリカをさらに配合することができ、また好ましい。本発明で固体状担体として用いられるケイソウ土とは、淡水、海水の両水界に繁殖する藻の一種で、酸化ケイ素を主成分とする単細胞の植物化石をいう。ケイソウ土の表面には幾何学的な模様の細胞の内部と外部を通ずる細かな孔があり且つ大きさは約0.1～1 μ mの極めて多孔質なケイソウ土を用いるが好ましい。本発明においては、この珪藻土をそのまま用いることができるが、通常は製剤分野において一般に行われる方法でケイソウ土を処理した後のケイソウ加工品を用いることができる。たとえば、原料のケイソウ土を粉碎し、乾燥した後、繰り返し分級を行って不純物を除き、粒度を揃えて得られた乾燥ケイソウ土製品、さらに約800～1300℃の範囲でケイソウ土を焼成した焼成加工品、あるいは焼成の際にケイソウ土に炭酸ナトリウムなどの融剤を加えた融剤焼成した加工品などの比表面積が約1ないし40m²/g程度であるケイソウ土加工品が用い得る（粉体物性図説、日本粉体工業技術協会参照）。

【0044】

具体的に例示するならば、乾燥ケイソウ土製品としてはラヂオライトSPF（商品名、昭和化学工業製）などが、あるいは焼成ケイソウ土加工品としてはラヂオライト#100、ラヂオライト#200、ラヂオライト#500、ラヂオライト#800、ラ

ゼオライト ファインフローB（商品名、昭和化学工業製）などが、あるいは融剤焼成したケイソウ土加工品としてはラヂオライトマイクロファイン、ラヂオライトF、ラヂオライト クリアフロー、ラヂオライト#2000（商品名、昭和化学工業製）などが用いられる。なかでも、比表面積が約1ないし10m²/gのケイソウ土加工品（たとえば、上記の焼成品、融剤焼成品など）などが好ましい。しかし、本発明組成物に用いられる珪藻土は、これらに限定されるものではない。

【0045】

本発明組成物における担体として配合される場合のケイソウ土の製剤中での含有量は、通常、重量基準で約5～90%であるが、製剤中の有効成分、界面活性剤の濃度に応じて、固体状担体の割合を変化させることが可能である。造粒性と水中崩壊性の向上などの点から、好ましくは約50～90%を配合する。配合されたケイソウ土またはケイソウ土加工品は造粒時に賦形剤としても作用する。

【0046】

本発明組成物中には、ケイソウ土以外の鉱物質担体、水溶性固体担体、植物質担体等である製剤用の担体を配合してもよい。鉱物質担体としては、例えば石英シリカ、タルク、クレー、炭酸カルシウム、酸性白土、アタパルジャイト、ゼオライト、セリサイト、セピオライト、ケイ酸カルシウム等があげられ、水溶性固体担体としては、例えば硫酸、尿素、デキストリン、乳糖、果糖、ショ糖、ブドウ糖、食塩、ボウ硝、炭酸ナトリウム、塩化カリウム、重曹、マレイン酸、クエン酸、フマル酸、リンゴ酸、平均分子量6000～20000のポリエチレングリコール等があげられ、植物質担体としては、例えば小麦粉、木粉、デンプン、ぬか、大豆粉、繊維作物粉碎物等があげられる。その他の固体担体として、例えば非晶シリカが挙げられる。ケイソウ土以外の固体担体の本発明組成物中の含有量は、一般に重量基準で5～95%、好ましくは、5～75%である。

【0047】

本発明組成物中に、所望に応じて配合できる結合剤は、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、デキストリン、デンプン、アルファー化デンプン類等の結合剤であることができる。またトリポリリン酸ソーダ、アルギン酸塩、ポリアクリル酸塩等の物理性向上剤、さらに必要に応

じてその他の補助剤である、水溶性高分子、溶剤、吸収性微粉末、結合剤、粉碎助剤、分解防止剤、着色剤、効力増強剤、香料、ビルダーなどを本発明組成物に配合してもよい。

【0048】

本発明組成物は、例えば以下の製剤化方法で製造できるが、特にこれらのみに限定されるものではない。すなわち、農薬活性成分に界面活性剤、消泡剤を混合し、さらに所望ならば固体状担体、結合剤を添加し、また所望ならば物理性向上剤、成分安定剤等を添加して混合し、その混合物を必要に応じて衝撃式粉碎機等で粉碎し、また所望ならばその他の造粒用担体を混合し、加水して混練する。その後、その混練物を、通常粒径0.1～5mm、好ましくは、0.2～2mmの孔をもつダイスを設けた押出し式造粒機で造粒し、得られた造粒物を乾燥し、設定した粒径に応じた適当なふるいで分級し、所望の粒度に整粒された顆粒を取得することから成る方法により、所望の顆粒剤が得られる。

【0049】

また、別法として、適量の水に農薬活性成分、界面活性剤、消泡剤を加え、また必要に応じて担体を必要量で加え、さらに所望とされるその他の成分を必要量で加え、得られた混合物をボールミル、ダイノミル、サンドグライNDERなどの湿式粉碎機にかけ、得られた水性懸濁液に、更に必要に応じて界面活性剤、担体等のその他の成分を適量で加えて混合し、こうして得た混合物を押出し式造粒機に入れて造粒可能な混練物を形成し、これを所望な顆粒に粒状化することから成る方法によっても得ることもできる。

【0050】

このようにして得られた本発明の水和性顆粒剤は、(1) 農薬活性成分の性状にかかわらず水中崩壊性と水中分散性に優れている；(2) 農薬活性成分の性状にかかわらず水で希釈時の起泡性が低く且つ得られた水性分散液の懸垂性すなわち懸濁安定性に優れている；(3) 保存中の固化が防止される；(4) 希釈した水性分散液の攪拌時における起泡性が低いなどの利点を有する。また、農薬、例えば殺菌剤、殺虫剤、除草剤、植物成長調整剤を有効成分とする農園芸用の顆粒剤に、広く応用することができる。

【0051】

【実施例】

次に本発明を実施例、比較例および試験例をあげて更に具体的に説明するが、本発明はこれらのみに限定されるものではない。なお以下の例において、部とあるのは、すべて重量部を示す。

【0052】

実施例1

メパニピリム50部、界面活性剤としてラウリル硫酸ナトリウム2部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウムのホルマリン縮合物8部、消泡剤としての混合された脂肪酸のナトリウム塩（第一工業製薬株式会社製のゲンブ フレーク S の名の石けんであり、炭素数6～28の混合された脂肪酸のナトリウム塩から成る）1部、ケイソウ土10部、ホワイトカーボン（塩野義製薬株式会社製のカープレックス#1120の名の非晶シリカ）5部、クレー24部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。混練物を孔径0.6mmのスクリーンダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、所望の粒度に整粒された顆粒として、本発明の水和性顆粒剤を得た。

【0053】

実施例2

ベンチアバリカルブイソプロピル15部、ラウリル硫酸ナトリウム2部、リグニンスルホン酸ナトリウム7部、ジアルキルスルホサクシネート塩1部、消泡剤としての混合された脂肪酸のナトリウム塩（第一工業製薬株式会社製のアンフォールMT-Aの名の石けんであり、炭素数6～28の混合した脂肪酸のナトリウム塩から成る）1部、ケイソウ土30部、クレー44部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。これに水約10部を加え、混練した。その混練物を孔径0.6mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、整粒した顆粒として本発明の水和性顆粒剤を得た。

【0054】

実施例3

ピリミノバックメチル10部、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム3部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウムのホルマリン縮合物7部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル5部、消泡剤としてステアリン酸ナトリウム1部、ケイソウ土10部、ホワイトカーボン（塩野義製薬株式会社製のカープレックス#1120の名の非晶シリカ）5部、クレー59部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。その混練物を、孔径0.6mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、整粒された顆粒として、本発明の水和性顆粒剤を得た。

【0055】

実施例4

メパニピリム30部、アルキルベンゼンスルホン酸塩2部、リグニンスルホン酸のカルシウム塩5部、ジアルキルスルホサクシネート塩2部、消泡剤として混合された脂肪酸のナトリウム塩（第一工業製薬株式会社製のアンフォールMT-Aの名の石けん）1部、ケイソウ土20部、ホワイトカーボン（塩野義製薬株式会社製のカープレックス#1120の名の非晶シリカ）2部、クレー38部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。その混練物を孔径0.7mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、整粒された顆粒として本発明の水和性顆粒剤を得た。

【0056】

実施例5

ベンチアバリカルブイソプロピル15部、アルキルベンゼンスルホン酸塩2部、リグニンスルホン酸ナトリウム5部、ジアルキルスルホサクシネート塩2部、消泡剤としてステアリン酸カリウム2部、ケイソウ土20部、ホワイトカーボン（塩野義製薬株式会社製のカープレックス#1120の名の非晶シリカ）2部、クレー52部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。混練物を孔径0.7mmのスクリーン型ダイス

を装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、整粒された顆粒として本発明の水和性顆粒剤を得た。

【0057】

実施例6

メバニピリム30部、ラウリル硫酸ナトリウム2部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウムのホルマリン縮合物8部、消泡剤としてステアリン酸マグネシウム1部、ケイソウ土30部、クレー29部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。その混練物を孔径0.6mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、整粒された顆粒として、本発明の水和性顆粒剤を得た。

【0058】

実施例7

ベンチアバリカルブイソプロピル15部、ラウリル硫酸ナトリウム2部、リグニンスルホン酸ナトリウム7部、ジアルキルスルホサクシネート塩1部、消泡剤としてステアリン酸カルシウム1部、ケイソウ土30部、クレー44部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。その混練物を孔径0.6mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、整粒された顆粒として、本発明の水和性顆粒剤を得た。

【0059】

実施例8

ベンチアバリカルブイソプロピル5部、TPN50部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム2部、リグニンスルホン酸カルシウム8部、ジアルキルスルホサクシネート塩2部、消泡剤としてステアリン酸マグネシウム1部、ケイソウ土10部、ホワイトカーボン（塩野義製薬株式会社製のカープレックス#1120の名のシリカ）5部、クレー17部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。混練物を孔径0.7mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾

燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、整粒された顆粒として、本発明の水和性顆粒剤を得た。

【0060】

実施例9

ベンチアバリカルブイソプロピル2部、フォルベット50部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム2部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウムのホルマリン縮合物6部、ジアルキルスルホサクシネート塩2部、消泡剤としてステアリン酸カルシウム1部、ケイソウ土10部、ホワイトカーボン（塩野義製薬株式会社製のカープレックス#1120の名のシリカ）1部、クレー26部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。その混練物を孔径0.7mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、整粒された顆粒として本発明の水和性顆粒剤を得た。

【0061】

実施例10

ピリミノバックメチル10部、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム3部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウムのホルマリン縮合物7部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル5部、消泡剤としてパルミチン酸カルシウム2部、ケイソウ土20部、ホワイトカーボン（塩野義製薬株式会社製のカープレックス#1120の名のシリカ）5部、硫安20部、クレー28部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。混練物を孔径0.8mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、整粒された顆粒として本発明の水和性顆粒剤を得た。

【0062】

実施例11

ビスピリバックナトリウム10部、リグニンスルホン酸ナトリウム8部、ジアルキルスルホサクシネート塩2部、消泡剤としてラウリン酸カルシウム2部、ケイソウ土20部、ホワイトカーボン（塩野義製薬株式会社製のカープレックス#1120の

名のシリカ) 5部、クレー53部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。孔径0.6mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16~48メッシュのふるいで分級して、整粒された顆粒として、本発明の水和性顆粒剤を得た。

【0063】

後記の比較例は、本発明で消泡剤として用いる脂肪酸金属塩を省略するか、またはシリコン系消泡剤と取代えて作られた比較のための水和性顆粒剤の調製例を示す。

【0064】

比較例1

メパニピリム50部、ラウリル硫酸ナトリウム2部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウムのホルマリン縮合物8部、ケイソウ土10部、ホワイトカーボン（塩野義製薬株式会社製のカープレックス#1120の名のシリカ) 5部、クレー25部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。孔径0.6mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16~48メッシュのふるいで分級して、整粒された顆粒として水和性顆粒剤を得た。この比較のための顆粒剤は、混合された脂肪酸のナトリウム塩（消泡剤）が省略され且つクレー含量が増えたこと以外は実施例1の顆粒剤と同じ組成を有する。

【0065】

比較例2

ベンチアバリカルブイソプロピル15部、ラウリル硫酸ナトリウム2部、リグニンスルホン酸ナトリウム7部、ジアルキルスルホサクシネート塩1部、ケイソウ土30部、クレー45部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。混練物を孔径0.6mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16~48メッシュのふるいで分級して、整粒された顆粒として、水和性顆粒剤を得た。この比較のための顆粒剤は、混合した脂肪酸のナトリウム塩（消泡剤

）が省略され且つクレー含量が増えたこと以外は実施例 2 の顆粒剤と同じ組成を有する。

【0066】

比較例3

ピリミノバックメチル10部、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム3部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウムのホルマリン縮合物7部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル5部、ケイソウ土10部、ホワイトカーボン（塩野義製薬株式会社製のカープレックス#1120の名のシリカ）5部、クレー60部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。混練物を孔径0.6mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、水和性顆粒剤を得た。この比較のための顆粒剤は、実施例 3 の顆粒剤との比較の試料である。

【0067】

比較例4

ベンチアバリカルブイソプロピル5部、TPN50部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム2部、リグニンスルホン酸カルシウム8部、ジアルキルスルホサクシネート塩2部、ケイソウ土10部、クレー23部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。混練物を孔径0.7mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、水和性顆粒剤を得た。

【0068】

比較例5

ベンチアバリカルブイソプロピル15部、ラウリル硫酸ナトリウム2部、リグニンスルホン酸ナトリウム7部、ジアルキルスルホサクシネート塩1部、シリコーンエマルション（消泡剤）1部、ケイソウ土30部、クレー44部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練した。混練物を孔径0.6mmのスクリーン型を装着した押出し造粒機を

用いて造粒した。60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、水和性顆粒剤を得た。この顆粒剤は、実施例7の顆粒剤との比較の試料である。

【0069】

比較例6

ピリミノバックメチル10部、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム3部、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウムのホルマリン縮合物7部、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル5部、シリコーンエマルション（消泡剤）1部、ケイソウ土20部、ホワイトカーボン（塩野義製薬株式会社製のカープレックス#1120の名のシリカ）5部、硫安20部、クレー29部を均一に混合し、その混合物をジェットオーマイザーを用いて微粉碎した。その微粉末に水約10部を加え、混練し、その混練物を孔径0.8mmのスクリーン型ダイスを装着した押出し造粒機を用いて造粒した。造粒物を60℃で乾燥後、16～48メッシュのふるいで分級して、水和性顆粒剤を得た。この顆粒剤は、実施例10の顆粒剤との比較の試料である。

【0070】

試験例1

本例は顆粒剤の水中崩壊性、水中分散性および水中懸垂性の試験を示す。

上記の実施例及び比較例により得られた顆粒剤について、以下に示す方法で顆粒剤の水中崩壊性、水中分散性および水中懸垂率を測定した。すなわち、25℃の恒温水槽中に3度硬水250mLの入った250ml容の有栓シリンダーを設置した。供試の各々の顆粒剤250mgを該シリンダー内に入れた。次に、2秒に1回の割合でシリンダーの倒立を繰り返し、水中で供試の顆粒剤が完全に崩壊、分散するまでのシリンダーの倒立回数を、水中崩壊性と水中分散性の尺度として表した。次いでこのシリンダーを25℃の恒温水槽中に静置し、静置の最初の時から15分後にシリンダー中央部の水性分散液から各々25mLの試料をサンプリングして、さらに高速液体クロマトグラフィーにて試料中の農薬活性成分を分析および定量し、懸垂率（％）を求めた。なお、懸垂率（％）は下記の式より求める。

$$\text{懸垂率（％）} = [(B \times 10) / A] \times 100$$

但し、AとBは次の意味を有する。

A：最初にシリンダーに入れた供試の顆粒剤250mg中の有効成分の含量

B: サンプル採取した試料 (25mL) 中の有効成分の含量

【0071】

得られた試験結果は次の表 1 に要約して示す。

表 1

| 供試の顆粒剤 | 水中崩壊性および水中分散性 (倒立回数) | 水中懸垂率 (含量%) |
|--------|-------------------------|----------------|
| 実施例 1 | 6 | 98.5 |
| 実施例 2 | 5 | 99.2 |
| 実施例 3 | 3 | 99.8 |
| 実施例 4 | 5 | 99.0 |
| 実施例 5 | 5 | 99.1 |
| 実施例 6 | 6 | 99.5 |
| 実施例 7 | 6 | 99.1 |
| 実施例 8 | 5 | 99.0 |
| 実施例 9 | 5 | 98.2 |
| 実施例 10 | 4 | 99.6 |
| 実施例 11 | 6 | 99.3 |
| 比較例 1 | 5 | 97.5 |
| 比較例 2 | 3 | 99.8 |
| 比較例 3 | 5 | 98.9 |
| 比較例 4 | 5 | 98.0 |
| 比較例 5 | 18 | 78.7 |
| 比較例 6 | 12 | 83.4 |

【0072】

試験例2

本例は顆粒剤の起泡性の試験を示す。

実施例及び比較例により得られた顆粒剤について以下に示す方法で顆粒剤の起泡性を測定した。すなわち、供試の各々の顆粒剤0.5gを、20℃の3度硬水250mLを入れた250mL容有栓シリンダーに入れた。次いで、30秒間に15回の速さでシリンダーを倒立させ、これによって内部の水性分散液を攪拌し、その後に静置した。静置した最初の時から1分後に、シリンダー内の泡の高さ (mm) を起泡性の尺度として測定した。

【0073】

得られた試験結果は次の表 2 に要約して示す。

表 2

| 供試の顆粒剤 | 起泡性 (泡の高さ、mm) |
|--------|------------------|
| 実施例 1 | 5 |
| 実施例 2 | 3 |
| 実施例 3 | 7 |
| 実施例 4 | 6 |
| 実施例 5 | 4 |
| 実施例 6 | 4 |
| 実施例 7 | 3 |
| 実施例 8 | 5 |
| 実施例 9 | 5 |
| 実施例 10 | 8 |
| 実施例 11 | 6 |
| 比較例 1 | 15 |
| 比較例 2 | 24 |
| 比較例 3 | 12 |
| 比較例 4 | 17 |
| 比較例 5 | 7 |
| 比較例 6 | 5 |

【発明の効果】

本発明の水和性顆粒剤組成物は、従来のものに比べ、農薬活性成分の種類、性状に影響を受けることなく、配合された脂肪酸塩（消泡剤）の作用に由って低起泡性であり、しかも優れた水中崩壊性、水中分散性、水中懸垂性を示すことができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 配合された農薬活性成分の種類と性状に影響を受けることなく、水和性顆粒剤、すなわち顆粒状水和剤の水中崩壊性、水中分散性、水中懸垂性が向上されて且つ低起泡性である新規な水和性顆粒剤を提供する。

【解決手段】 (a) 少なくとも1種の農薬活性成分、(b) スルホン酸塩型界面活性剤、硫酸エステル塩型界面活性剤およびリン酸エステル塩型の界面活性剤から選ばれる少なくとも1種の界面活性剤、(c) 炭素数6から28の脂肪酸の金属塩の少なくとも1種を必須成分として配合してなる水和性顆粒剤が開発された。本剤を水で希釈して得た水性分散液は低起泡性であり、しかも本剤を水と混合した時の本剤の顆粒は速やかに水中で崩壊し且つ水中で微細な分散粒子として良く分散することができる。

特願 2 0 0 2 - 3 0 6 7 8 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 0 1 6 9]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 9 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都台東区池之端 1 丁目 4 番 2 6 号

氏 名

クミアイ化学工業株式会社